

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **06249799 A**

(43) Date of publication of application: **09 . 09 . 94**

(51) Int. Cl

G01N 23/207

(21) Application number: **05059388**

(71) Applicant: **NATL RES INST FOR METALS**

(22) Date of filing: **25 . 02 . 93**

(72) Inventor: **KIMOTO TAKAYOSHI
SAITO TETSUYA**

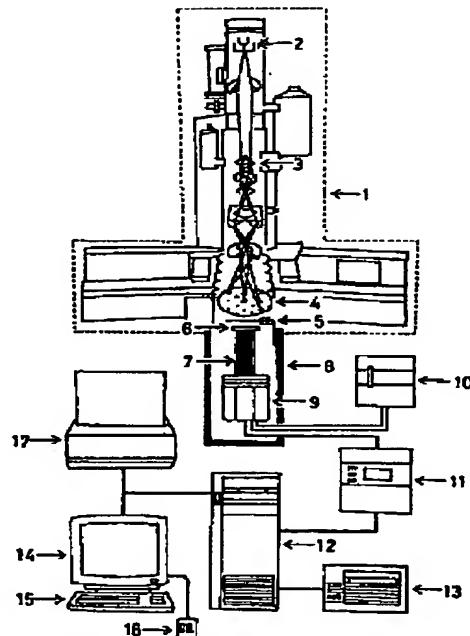
(54) QUICK AND PRECISION MEASURING APPARATUS FOR ELECTRON-BEAM DIFFRACTION INTENSITY

(57) Abstract:

PURPOSE: To measure an electron-beam diffraction intensity distribution in an on-line manner and precisely.

CONSTITUTION: The title apparatus is constituted of a transmission electron microscope 1, of a fluorescent screen 6 which changes an electron-beam diffraction image 4 into an optical image, of a means 7 which introduces the optical image of the fluorescent screen into a CCD camera, of a cooling-type CCD camera 9 which picks up the optical image, of a means 11 which A/D-converts an electric signal obtained by the CCD camera and which inputs the signal to a computer, of a computer 12 which analyzes an electron-beam diffraction intensity distribution and of display means 14, 17 which output its analyzed result.

COPYRIGHT: (C)1994,JPO&Japio



(51)Int.Cl.⁶
G 0 1 N 23/207識別記号 庁内整理番号
7172-2 J

F I

技術表示箇所

審査請求 有 請求項の数2 FD (全4頁)

(21)出願番号 特願平5-59388

(22)出願日 平成5年(1993)2月25日

(71)出願人 390002901

科学技術庁金属材料技術研究所長
東京都目黒区中目黒2丁目3番12号

(72)発明者 木本 高義

茨城県つくば市千現1丁目2番1号 科学
技術庁金属材料技術研究所筑波支所内

(72)発明者 斎藤 鉄哉

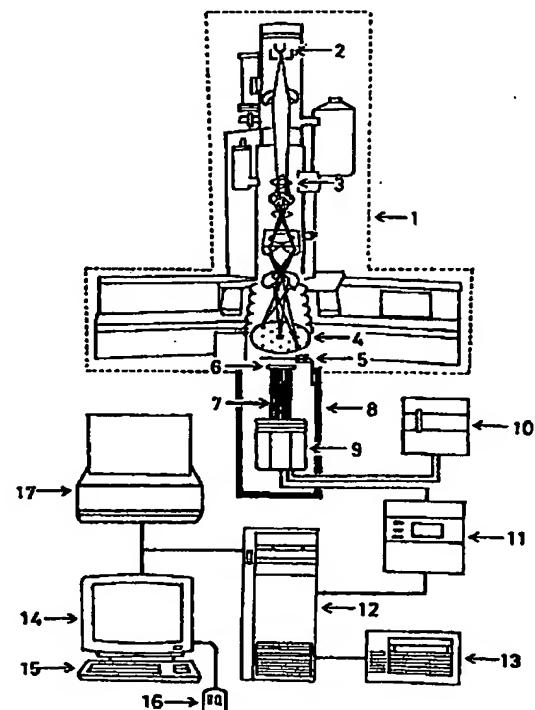
東京都目黒区中目黒2丁目3番12号 科学
技術庁金属材料技術研究所内

(54)【発明の名称】 電子線回折強度迅速精密計測装置

(57)【要約】

【目的】電子線回折強度分布をオンラインで精密に計測する。

【構成】透過型電子顕微鏡1と、電子線回折像4を光の像に変換する蛍光板6と、蛍光板の光の像をCCDカメラに導入する手段7と、その光の像を撮像する冷却型CCDカメラ9と、このCCDカメラにより得られる電気信号をA/D変換し、コンピュータに入力する手段11と、電子線回折強度分布を解析するコンピュータ12と、その解析結果を出力する表示手段14、17とから構成する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 透過型電子顕微鏡と、電子線回折像を光の像に変換する蛍光板と、蛍光板の光の像をCCDカメラに導入する手段と、その光の像を撮像する冷却型CCDカメラと、このCCDカメラにより得られる電気信号をA/D変換し、コンピュータに入力する手段と、電子線回折強度分布を解析するコンピュータと、その解析結果を出力する表示手段とからなることを特徴とする電子線回折強度の迅速精密計測装置。

【請求項2】 CCDカメラの素子よりも充分小さな断面積を有する光ファイバーを多数束ねた光ファイバーブレートを設け、この光ファイバーブレートにより蛍光板で発生する光をCCDカメラに導入する請求項1の迅速精密計測装置。

【発明の詳細な説明】

【産業上の利用分野】 この発明は、電子線回折強度迅速精密計測装置に関するものである。さらに詳しくは、この発明は、電子線回折強度分布をオンラインで迅速に精密計測することのできる、電子線回折の強度迅速精密計測装置に関するものである。

【従来の技術とその課題】 従来より、材料科学の分野などにおいては、物質の結晶構造等を解析するために、X線回折法、中性子回折法、電子線回折法などの各種の手法が用いられてきている。これらの手法において、回折強度分布の計測は重要な解析手段となってきている。この内の電子線回折法による電子線回折強度分布の計測方法として、従来では、透過型電子顕微鏡でとらえた電子線回折像を写真フィルムに撮影し、ミクロフォトメータを用いてフィルムの黒化度を測定する方法が採用されている。しかしながら、この方法では、写真フィルムを電子顕微鏡のカメラ室から取り出して現像する必要があり、オンラインで電子線回折強度の2次元分布を計測することはできないという欠点がある。また、ミクロフォトメータによりフィルムの黒化度を測定する場合、電子線回折強度の2次元分布の測定には数百時間というきわめて長い作業時間を要していた。さらに、電子線強度と写真フィルムの黒化度が比例関係にある領域（ダイナミックレンジ）が約1桁程度と低いため、電子線強度の差が1桁以上ある場合には、電子線回折強度を精密に測定することはできないという問題があった。ごく最近になって、約3.5桁と比較的広いダイナミックレンジを有するイメージングプレートが開発され、これを上記の写真フィルムの代わりに用いることによって、電子線回折強度の精密測定が可能となってきている。しかしながら、この場合には、イメージングプレートが電子顕微鏡の写真室に納められているため、撮影終了後に写真室の真空を破って大気圧にしてから取り出し、イメージングプレートにレーザー光線を走査して画像情報を読み出す必要があった。この画像情報の読み出しには数分間以上の時間を要しており、イメージングプレートを用いた電子線

回折強度の測定においてもオンラインでの計測は不可能であった。このように、従来においては、電子線回折強度をオンラインで精密計測することは不可能であった。たとえば合金の規則度は電子線回折強度分布を測定することにより求まるが、試料温度を変えながら電子線回折強度の変化を迅速に測定することができないため、合金の規則化過程をとらえることはできなかった。この発明は、以上の通りの事情に鑑みてなされたものであり、従来の電子線回折強度分布の精密計測についての欠点を解消し、電子線回折強度分布をオンラインで迅速に精密計測することのできる、電子線回折強度迅速精密計測装置を提供することを目的としている。

【課題を解決するための手段】 この発明は、上記の課題を解決するものとして、透過型電子顕微鏡と、電子線回折像を光の像に変換する蛍光板と、蛍光板の光の像をCCDカメラに導入する手段と、その光の像を撮像する冷却型CCDカメラと、このCCDカメラにより得られる電気信号をA/D変換し、コンピュータに入力する手段と、電子線回折強度分布を解析するコンピュータと、その解析結果を出力する表示手段とからなることを特徴とする電子線回折強度迅速精密計測装置を提供する。またこの発明においては、CCDカメラの素子よりも充分小さな断面積を有する光ファイバーを多数束ねた光ファイバーブレートを設け、この光ファイバーブレートにより蛍光板で発生する光をCCDカメラに導入することを好みの態様の一つとしている。この発明の電子線回折強度迅速精密計測装置では、透過型電子顕微鏡により回折像が結像される位置に蛍光板を配置させ、この蛍光板に電子が衝突して発生する光子の個数を冷却型CCDカメラで計測する。これによって、試料により回折する電子の個数を間接的に計測することができる。ここで冷却型CCDカメラを用いるのは、熱電子によって発生する暗電流と呼ばれる電気的ノイズを軽減させ、ダイナミックレンジを高めるためである。この冷却型CCDカメラで光子の個数を測定することにより、数10 μm 角の各素子に衝突する光子を信号電荷に変換して感光蓄積と転送を行うことができ、5-6桁の極めて広いダイナミックレンジ（光子の個数と信号電荷量が比例関係にある領域）が得られる。しかも得られた電気信号はA/D変換を行った後、直接コンピュータに入力することができるため、電子線回折強度のオンライン精密計測が可能となる。

【実施例】 以下、図面に沿って実施例を示し、この発明の精密計測装置についてさらに詳しく説明する。図1は、この発明の精密計測装置の一実施例を示したシステム構成図である。透過型電子顕微鏡（1）において、電子銃（2）から電子を発生させると、電子は薄膜試料（3）を透過した後に、各種の磁気レンズの作用により電子線回折像（4）を蛍光板（6）の位置に形成する。蛍光板（6）としては、たとえばY₃Al₅O₁₂の単結晶

晶にCe³⁺を微量添加して得られるYAGシンチレータを用いることができる。このYAGシンチレータは、空間分解能が高く、また応答時間も速く、電子・光変換の一様性とその効率に優れている。また、飽和閾値(変換率の直線性の上限)が高く、耐電子線照射および機械的損傷に強いなどの利点を有してもいる。実際に使用する場合には、蛍光板(6)は、蛍光の発生位置を精度よく導入手段(7)に伝達するために、厚さ約50μmにまで薄くした直径20-30mmの円板状のYAGシンチレータを好適に使用することができる。なお、電子線が蛍光板(6)に衝突する際などに発生するX線は、X線遮蔽用鉛カバー(8)で遮蔽される。この蛍光板(6)で変換された光は、導入手段(7)を介して冷却型CCDカメラ(9)の受光面に導かれる。この導入手段(7)としては、CCDカメラ(9)の素子よりも充分小さな断面積を有する光ファイバーを多数束ねた光ファイバーブレートを好適に使用することができる。その光ファイバーの直径については、たとえば10μm以下とすることができます。このような光ファイバーカップリング方式による光ファイバーブレートは、レンズ方式に比べて以下の3つの利点を有している。すなわち、

- ① CCDカメラ(9)に到達するまでに失われる光子の個数を少なくすることができます。
- ② レンズの収差等に起因する画像の歪みがない。
- ③ 蛍光板(6)および電子顕微鏡(1)の加速管から発生するX線を遮蔽し、CCDカメラ(9)へのX線ノイズの遮蔽効果を有する。

CCDカメラ(9)には、冷却水循環器(10)を用いた水冷による除熱方式と電子冷却方式を採用することができる。およそ-40℃にまで受光面を冷却することができる。この冷却により暗電流と呼ばれるノイズが抑制される。CCDカメラ(9)の冷却方式については、この他にもより暗電流の抑制効果の大きい液体冷卻方式とすることができます。一方、このCCDカメラ(9)には、電子回路からのノイズを抑制することのできる低速走査読み出し方式を採用することができる。たとえばその画素数は512×512～2048×2048で、ダイナミックレンジは64000以上とすることができます。蛍光板(6)の直前に設けたカメラシャッター(5)を開くと、蛍光板(6)から発生する光子の個数の計測がCCDカメラ(9)により開始される。そして、シャッター(5)を閉じた時に計測を終了させる。シャッター(5)が開いている間に、CCDカメラ(9)の各画素ごとで計測された光子の個数に関する情報を担うアナログ電気信号は、たとえばCCDカメラコントローラ(11)に内蔵されたA/Dコンバータによってデジタル信号に変換され、コンピュータ(12)に入力される。コンピュータ(12)には、拡張メモリを含めて64Mbの主メモリ、3.3MHzのCPUおよび400Mbのハードディスクを内蔵したパーソナルコンピュータを用いることができる。ま

た、コンピュータ(12)の制御は、キーボード(15)およびマウス(16)を用いて行うことができ、演算処理の結果得られる電子線回折強度分布をCRT(14)およびプリンター(17)に出力することができる。このコンピュータ(12)にはたとえば1Gbの光磁気ディスクユニット(13)を接続することができ、コンピュータ(12)による演算処理結果を保存し、必要に応じて呼び出して解析を行なうようにしてもよい。たとえば以上に例示されるこの発明の精密計測装置で、実際に電子線回折強度分布を計測した例について説明する。図2は、透過型電子顕微鏡によるCu, Au規則合金の(001)方向の電子線回折像である。たとえばこの図2の電子線回折像においては、黒丸で示された基本格子反射斑点とともに、合金中のAuとCuの規則的な配列状態を反映する白丸で示された規則格子反射斑点が存在している。この電子線回折像に図1に例示したこの発明の精密計測装置を適用すると、図3に示したような電子線回折強度分布図がオンラインで出力される。この強度分布図をさらに解析することにより、結晶構造に関する情報がきわめて短時間で得られる。このように、この発明の電子線回折強度迅速精密計測装置では、電子線回折強度分布をオンラインで精密に計測することができ、従来の電子線回折法では不可能であった、たとえば合金の規則度に関する定量的な測定等が可能となる。各種物性値に影響を及ぼす合金の規則度には、長範囲規則度と短範囲規則度があることが知られており、いずれも回折像における規則格子反射の強度あるいは散漫散乱強度分布を測定することによって計測することができる。従来では、この合金の規則度の定量的な計測は、主に、X線回折法や中性子回折法によって行われていたが、この発明により、電子線回折法を有利に適用することができ、X線回折法や中性子回折法に比べてはるかに短い時間で計測することができる。また、100μm以下の微小領域からの回折像を得ることができないX線回折法や中性子回折法に比べ、1μm以下の極小領域から回折像を得ることができ、合金規則度の局所的変化に関する情報も得られる。さらには、写真フィルムやイメージングプレートを用いた電子線回折法よりもはるかに迅速かつ高精度での計測が可能となる。合金の温度を変化させながらの規則度の測定も可能であり、規則化過程の研究に寄与することができる。もちろんこの発明は、以上の例によって限定されるものではない。細部については様々な態様が可能であることはいうまでもない。

【発明の効果】以上詳しく述べた通り、この発明によって、電子線回折強度分布をオンラインで精密に計測することのできる電子線回折強度迅速精密計測装置が提供される。電子線回折強度分布の計測がきわめて迅速かつ高精度となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】この発明の電子線回折強度迅速精密計測装置の

一実施例を示したシステム構成図である。

【図2】透過型電子顕微鏡によるCu-Au規則合金の(001)方向の電子線回折像である。

【図3】図2に対応する電子線回折強度分布図である。

【符号の説明】

- 1 透過型電子顕微鏡
- 2 電子銃
- 3 薄膜試料
- 4 電子線回折像
- 5 カメラシャッター
- 6 蛍光板

* 7 導入手段

8 X線遮蔽用鉛カバー

9 冷却型CCDカメラ

10 冷却水循環器

11 CCDカメラコントローラ

12 コンピュータ

13 光磁気ディスクユニット

14 CRT

15 キーボード

16 マウス

* 17 プリンター

【手続補正書】

【提出日】平成6年2月3日

【手続補正1】

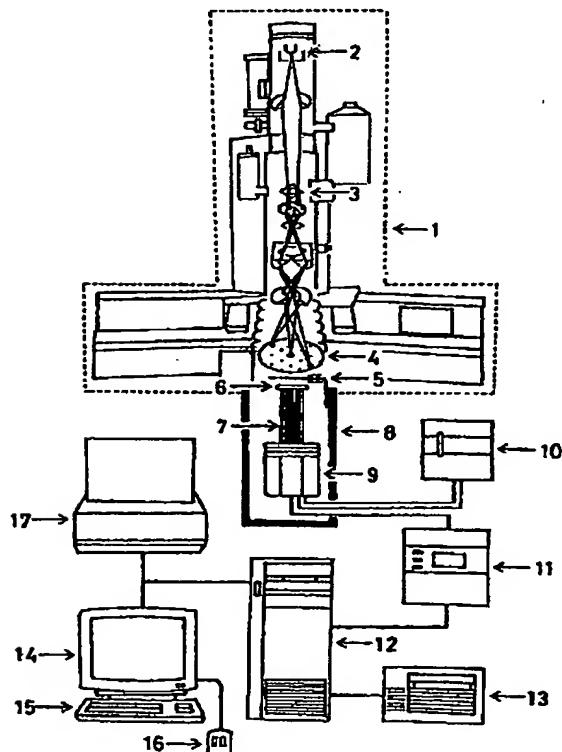
【補正対象書類名】図面

※ 【補正対象項目名】全図

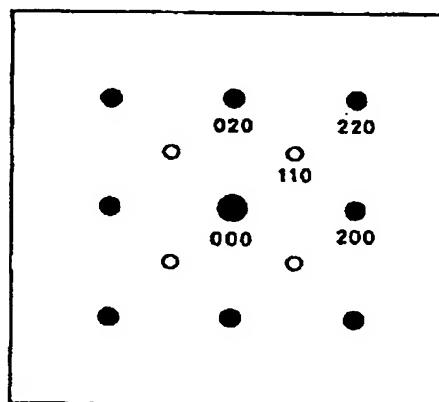
【補正方法】変更

※ 【補正内容】

【図1】



【図2】



【図3】

